

## BREVET D'INVENTION

**CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION** 

## PRIORITY DOCUMENT

### **COPIE OFFICIELLE**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

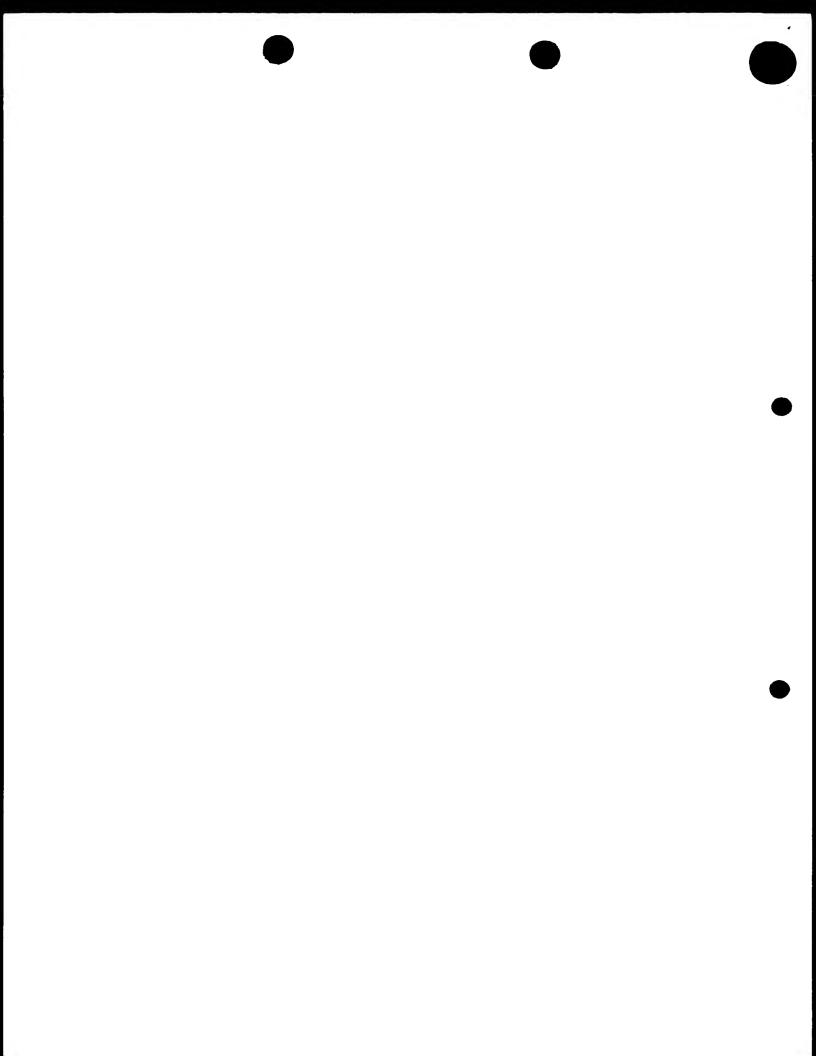
Fait à Paris, le 29 JUIN 1999

Pour le Directeur genéral de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Departement des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE

26 bis , rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS Cedex 08 Telephone , 01 53 04 53 04 Telecopie = 01 42 93 59 30







#### BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT D'UTILITE

Code de la propriété intellectuelle-Livre V



26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

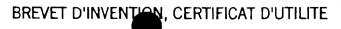
REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

					_
Confirmation	d'un	dépôt	par	télécopie	

Réservé à l'INPI	Mulbin a Leucte vone au lethes Cabidates
DATE DE REMISE DES PIÈCES  N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL  DÉPARTEMENT DE DÉPÔT  DATE DE DÉPÔT  DATE DE DÉPÔT  O 2 0 9 9 8	1 Nom et adresse du demandeur ou du mandataire A qui la correspondance doit être adressée PECHINEY Monsieur Dominique FENOT 28 Rue de Bonnel 69433 LYON CEDEX O3
2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle    X   brevet d'invention   demande divisionnaire   demande initiale	n°du pouvoir permanent références du correspondant téléphone 5245–LCOO4A BR3281 DF/NC 04 78 62 91 53
certificat d'utilité transformation d'une demande de brevet européen brevet d'invention  Établissement du rapport de recherche differé mmédiat	certificat d'utilité n° date
	oui 🖵 non
Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance	ou 🗶 non
Titre de l'invention (200 caractères maximum)  PROCEDE DE CONTROLE GRANULOMETRIQUE DANS UN INCLUANT UNE PHASE D'AGGLOMERATION	NE CHAINE DE DECOMPOSITION DU CIRCUIT BAYER,
3 DEMANDEUR (S) n° SIREN code APE-NAF	
Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination	Forme juridique
ALUMINIUM PECHINEY	SA
Nationalité (s) Française	Pays
Adresse (s) complète (s) 7, Place du Chancelier Ac 75218 - PAR	TENOMIEN FRANCE
	fisance de place, poursuivre sur papier libre
411112011707	Si la réponse est non, fournir une désignation séparée
5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES requise pour la 1ère fois	requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission
6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UI pays d'origine numéro	NE DEMANDE ANTÉRIEURE data de dépôt nature de la demande
7 DIVISIONS antérieures à la présente demande n° dat	te n° date
8 SIGNATURE DU DEM NDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du lapetaire - n° d'inscription)	E DU PRÉPOSE À LA RÉCEPTION SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

Dominique FERET





#### DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg 75800 Paris Cédex 08

BR 3281 DF/NC

Tél.: 01 53 04 53 04 - Télécopie: 01 42 93 59 30

N° D'ENREG STREMENT NATIONAL

98 11111 du 2/09/1998

#### TITRE DE L'INVENTION:

PROCEDE DE CONTROLE GRANULOMETRIQUE DANS UNE CHAINE DE DECOMPOSITION DU CIRCUIT BAYER, INCLUANT UNE PHASE D'AGGLOMERATION

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

Monsieur Dominique FENOT PECHINEY 28 Rue de Bonnel 69433 LYON CEDEX 03

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

CRISTOL Benoît

8 Rue Bussy l'Indien
13006 MARSEILLE

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

9 Septembre 1998

Dominique FENOT



# PROCEDE DE CONTROLE GRANULOMETRIQUE DANS UNE CHAÎNE DE DECOMPOSITION DU CIRCUIT BAYER, INCLUANT UNE PHASE D'AGGLOMERATION

#### 5 DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne la précipitation du trihydrate d'alumine selon le procédé Bayer, s'effectuant dans une chaîne de décomposition de type américain, incluant une phase préliminaire d'agglomération.

#### **ETAT DE LA TECHNIQUE**

10

Le procédé Bayer permet de produire de l'alumine à partir de minerai de bauxite, notamment de l'alumine destinée à être transformée en aluminium par électrolyse ignée. Selon ce procédé, le minerai de bauxite est traité à chaud au moyen d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, à concentration appropriée, permettant d'obtenir une suspension contenant de la liqueur sursaturée d'aluminate de sodium et des résidus insolubles. Après séparation de ces résidus, la liqueur sursaturée d'aluminate de sodium, appelée aussi liqueur de Bayer, est décomposée par ensemencement avec des particules de trihydroxyde d'aluminium recyclé, jusqu'à obtention de grains de trihydroxyde d'aluminium, appelé également trihydrate d'alumine ou encore hydrargillite, qui sont eux-mêmes ensuite calcinés pour obtenir une alumine possédant une granulométrie et des propriétés physico-chimiques particulières. La liqueur d'aluminate de sodium appauvrie en alumine est alors recyclée pour attaquer le minerai, après avoir été éventuellement concentrée, par évaporation et ajout d'hydroxyde de sodium, ou soude caustique.

La productivité de la liqueur lors de sa décomposition est définie par la quantité d'alumine restituée sous forme de trihydrate d'alumine par décomposition de la liqueur sursaturée, rapportée à un volume donné de liqueur sursaturée. La productivité, exprimée en kilogrammes d'alumine par mètre cube de liqueur (kg Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/m<sup>3</sup>), est liée à la concentration en soude caustique de la liqueur sursaturée. En général, cette concentration, voisine de 100-130 g Na<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/l dans les procédés Bayer de type américain, est moins élevée que dans les procédés Bayer de type européen et ceci explique pourquoi une productivité à la décomposition de la liqueur sursaturée est considérée comme bonne lorsqu'elle dépasse 70 kg Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/m<sup>3</sup> pour un procédé Bayer de type américain et lorsqu'elle dépasse 80 kg Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/m<sup>3</sup> pour un procédé Bayer de type européen.

Les procédés Bayer de type européen et de type américain diffèrent également par la teneur en matière sèche de la suspension au cours de la décomposition. La suspension résulte de l'introduction d'amorce recyclée de trihydrate d'alumine dans la liqueur d'aluminate ainsi que du passage vers la phase solide d'une partie de l'alumine en solution. Nous définirons ici la teneur en matière sèche de la suspension par le poids des particules solides présentes dans la suspension par unité de volume de liqueur d'aluminate saturé entrant dans l'atelier de décomposition (et non par unité de volume de suspension).

L'alumine destinée à être transformée en aluminium par électrolyse ignée doit présenter un certain nombre de propriétés parmi lesquelles on peut relever :

- une bonne coulabilité de façon à pouvoir alimenter en continu les cuves d'électrolyse avec des quantités contrôlées d'alumine,
  - une cinétique de dissolution élevée
  - une faible tendance à l'empoussièrement.

Ces propriétés sont fortement liées à la morphologie et la répartition granulométrique des grains d'alumine, elles-mêmes fortement liées à la morphologie et la répartition granulométrique des particules d'hydrargillite formées au cours de la décomposition. Il est important notamment de limiter la proportion de particules très fines, que l'on classe en deux catégories principales : les fines ( dont le diamètre moyen est compris entre 10 à  $50~\mu$ ) et les ultrafines, dont le diamètre moyen est inférieur à 10 µ. Comme on constate une bonne corrélation entre la répartition granulométrique de l'alumine et celle de l'hydrate de production dont elle est issue, on cherche à contrôler la granulométrie de l'hydrate en roulement dans la série de décomposition, plus particulièrement dans la phase de nourrissement. Ainsi, par exemple, pour obtenir une alumine "métallurgique" de bonne qualité, on cherche à obtenir un hydrate en roulement dont le passant à 45µ est inférieur à 10%, c'est-à-dire une suspension possédant moins de 10% de particules dont le diamètre est inférieur à 45 µ. Par la suite, nous noterons le passant à X micromètres : " %<Xµ "

10

25

En ce qui concerne le procédé Bayer de type américain, la décomposition comprend une phase préliminaire d'agglomération, caractérisée par une teneur en matière sèche particulièrement faible. Dans le brevet US 4 234 559, le circuit de décomposition comprend en premier lieu une série de bacs d'agglomération, puis une série de bacs de nourrissement et enfin trois bacs de classement (primaire, secondaire, tertiaire). Alors que l'hydrate produit est issu de la sous-verse du bac de classement primaire, l'amorce de fines, provenant de la sous-verse du bac de classement tertiaire, est introduite en quantité contrôlée dans la série de bacs d'agglomération et l'amorce plus grosse, provenant de la sous-verse du bac de classement secondaire est introduite dans la série de bacs de nourrissement. Les fines étant détruites au cours de la phase d'agglomération, le problème du contrôle de la répartition granulométrique de l'hydrate produit ne se pose pas.

Mais on cherche toujours à augmenter la productivité du procédé Bayer de type américain, dont le niveau est inférieur à celui des cycles Bayer de type européen. Dans US 5 158 577 et EP 0 515 407, seulement une partie de la liqueur sursaturée est introduite dans la chaîne d'agglomération, le reste est introduit directement au nourrissement. Ceci permet d'obtenir des teneurs en matière sèche différentes dans ces deux parties de la décomposition une faible teneur en matière sèche dans les bacs d'agglomération, qui est indispensable si l'on veut que l'agglomération se produise dans de bonnes conditions, et une forte teneur en matière sèche dans les bacs de nourrissement, ce qui permet d'augmenter la productivité.

Mais, en augmentant la teneur en matière sèche au nourrissement, et en limitant le nombre de bacs agglomérateurs, on observe une instabilité de la décomposition avec un risque important d'apparition brutale de fines en grande quantité dans l'hydrate en roulement (crise granulométrique). De telles crises sont à éviter, car, si l'on n'y remédie pas, la qualité granulométrique de l'hydrate produit est fortement dégradée.

L'instabilité granulométrique provient de la diminution du rapport entre la somme de la production et de l'amorce fine vers agglomération d'une part et l'hydrate en roulement d'autre part. La diminution de ce rapport ne permet pas de mettre en œuvre des actions correctives efficaces lorsqu'une dérive du %<45µ est observée sur l'hydrate en roulement.

#### PROBLEME POSE

La demanderesse a donc cherché à définir un procédé qui permette d'augmenter la productivité du procédé Bayer de type américain tout en prévenant les fluctuations granulométriques inacceptables, notamment l'apparition brutale de grandes quantités de fines et ultrafines dans l'hydrate en roulement.

#### **OBJET DE L'INVENTION**

10

20

25

30

Le procédé mis au point par la demanderesse est un procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER de type américain, incluant une phase préliminaire d'agglomération, une phase de nourrissement et une phase de classification, dans lequel la qualité granulométrique de l'hydrate produit est suivie par une mesure du passant à X2 µ de l'hydrate en roulement dans les bacs nourrisseurs, caractérisé en ce qu'il comporte :

- a) une étape de préparation, réalisée une fois pour toutes, destinée d'une part à établir une relation R, en intensité et en temps, entre le passant à X1 μ et le passant à X2 μ dans l'hydrate en roulement, où X1 est strictement inférieur à X2 et d'autre part à définir, à partir de l'intervalle de variation maxi fixé sur le passant à X2 μ, des seuils déclencheurs sur la valeur du passant à X1 μ;
- b) la conduite du procédé proprement dite, effectuée pendant toute la durée de fonctionnement de l'installation, qui comporte, outre la mesure journalière du passant à X2μ et la mise à jour régulière de la corrélation entre ledit passant à X2μ et la répartition granulométrique de l'hydrate produit, une mesure journalière du passant à X1 μ de l'hydrate en roulement et la mise à jour régulière de la relation R entre ledit passant à X1μ et ledit passant à X2 μ, ainsi que le déclenchement d'une action correctrice sur la suspension en tête de décomposition lorsque la valeur mesurée du passant

à X1 µ atteint un des seuils déclencheurs qui ont été établis au cours de l'étape préliminaire et ont été mis à jour régulièrement.

Cette action correctrice dans la suspension en tête de décomposition peut être une modification de la température de la liqueur d'aluminate introduite dans le bac d'agglomération, l'ajout en tête de nourrissement d'additifs tels que les "Crystal Growth Modifier" décrits dans US 4 737 352, le recyclage d'une partie de la suspension de fin de décomposition ou encore, de préférence, la modification de la teneur en matière sèche de la suspension dans le premier bac d'agglomération.

La modification de la teneur en matière sèche de la suspension en phase d'agglomération peut être menée simplement en alimentant plus ou moins le

La modification de la teneur en matière sèche de la suspension en phase d'agglomération peut être menée simplement en alimentant plus ou moins le premier bac d'agglomération en liqueur d'aluminate sursaturé, l'aliquote restante étant dirigée vers le bac nourrisseur. Si le passant à X1 µ est trop fort, il y a trop de fines : il faut augmenter l'alimentation du bac agglomérateur en liqueur d'aluminate sursaturé. Si le passant à X1 µ est trop faible, il y a un risque de chute de la productivité : il faut diminuer l'alimentation du bac agglomérateur en liqueur d'aluminate sursaturé.

20

L'étape préliminaire, réalisée une fois pour toutes, est destinée à établir la relation R et les seuils déclencheurs des valeurs de X1µ qui serviront au début de la mise en application de la conduite du procédé. Cette étape préliminaire comprend les étapes suivantes :

- a1) Une mesure journalière du passant à X1 µ dans la suspension en un point particulier de la chaîne de décomposition, conduisant à l'établissement d'un premier chronogramme granulométrique, représenté par une courbe Y=%<X1(t).
- a2) Une mesure journalière du passant à X2 µ dans la suspension en un point particulier de la chaîne de décomposition, conduisant à l'établissement

d'un deuxième chronogramme granulométrique, représenté par une courbe Y=%<X2(t) et où X2, supérieure à X1, est une valeur déjà connue pour sa bonne corrélation avec la répartition granulométrique de l'hydrate produit. Il s'agit par exemple du passant à 45 µ mesuré dans la suspension en fin de nourrissement ("pump-off").

a3) L'établissement d'une relation empirique entre les deux chronogrammes granulométriques, qui a pour but de caractériser, en intensité et en temps, le lien entre l'évolution de la population du passant à X1 μ et l'évolution de la population du passant à X2 μ. Cette relation R peut se mettre sous la forme :

#### $R(\%<X2(t), \%<X1(t-\tau))=0$

où t est la date de la mesure du passant à  $X2 \mu$  et  $\tau$  un intervalle de temps caractéristique, estimé en observant la manifestation d'un même phénomène accidentel sur chacune des courbes (un extremum de même type, une inflexion, etc....)

- a4) La définition du seuil maxi et du seuil mini du passant à X1 μ, obtenue à partir de la relation R établie précédemment et de l'intervalle maxi de variation souhaité pour le passant à X2 μ.
- Le but de la relation R est de prévoir l'évolution de la répartition granulométrique, c'est-à-dire d'anticiper les crises, en observant l'évolution de la population des particules d'hydrate les plus fines (dont la taille est inférieure à X1 μ). La demanderesse a constaté que le passant à X1 μ montre une évolution anticipée du passant à une valeur X2 plus élevée : un accident sur le chronogramme %<X1(t) se retrouve, amplifié et décalé dans le temps sur le chronogramme %<X2(t). Le décalage temporel " τ " est d'autant plus fort que l'écart entre X1 et X2 est important. Dans la pratique, on choisira une valeur X2 supérieure à 40 μ (habituellement, 45 μ) et une valeur X1 inférieure ou égale à 20 μ.

5

10

Le point de mesure est de préférence en fin de nourrissement mais il peut s'effectuer plus en amont, à condition de rester dans la série de nourrissement. Les points de mesure pour le passant à X1 et le passant à X2 peuvent être différents. Par contre, ils doivent impérativement rester les mêmes tout au long de la conduite du procédé et être éloignés le plus possible de points où l'on effectue de façon irrégulière des ajouts perturbateurs dans la suspension.

Les mesures dites journalières sont des mesures régulières, pas forcément quotidiennes mais suffisamment fréquentes pour pouvoir obtenir des chronogrammes exploitables.

En ce qui concerne l'intervalle de variation souhaité du passant à X2 μ, on définit un maxi au-delà duquel on sait que la répartition granulométrique de l'hydrate produit n'est plus satisfaisante (trop de fines) et un mini en dessous duquel on sait que les conditions économiques d'exploitation deviennent mauvaises.

Les seuils déclencheurs sont ainsi déduits du chronogramme du passant à X1  $\mu$ , en tenant compte non seulement de l'intervalle maxi de variation souhaité pour le passant à X2  $\mu$ , mais aussi de l'incertitude de la mesure sur le passant à X1  $\mu$  et de la stabilité de l'efficacité du système de classement de l'hydrate

Cette étape préparatoire, au bout de laquelle les chronogrammes, la relation R et les seuils déclencheurs deviennent opérationnels est de l'ordre de trois mois. Mais il est possible d'accélérer cette étape soit en déclenchant volontairement une création excédentaire de fines, soit en analysant les résultats granulométriques antérieurs s'ils comportent les informations requises sur les passants à X1 et X2 µ.

Comme la décomposition est un phénomène complexe dépendant d'une multitude de paramètres (notamment la composition de la bauxite traitée qui peut évoluer dans le temps), au lieu d'utiliser une relation R établie une fois pour toutes, il est préférable d'utiliser une relation mise à jour régulièrement. De même, la corrélation entre la valeur du passant à X2µ et la répartition granulométrique de l'hydrate produit doit être mise à jour régulièrement. Cette mise à jour régulière peut suivre un rythme moins fréquent que celui des mesures journalières (mensuel par exemple).

La conduite proprement dite du procédé comprend les phases suivantes :

- b1) Une mesure journalière du passant à X1 μ dans la suspension en un point particulier de la chaîne de décomposition, permettant de compléter le premier chronogramme granulométrique, représenté par une courbe Y=%<X1(†).
- b2) Une mesure journalière du passant à X2 μ dans la suspension en un point particulier de la chaîne de décomposition, permettant de compléter le deuxième chronogramme granulométrique, représenté par une courbe Y=%<X2(†)</p>
  - b3) La mise à jour régulière, mensuelle par exemple, ou après modification importante d'un paramètre du process, de la relation empirique R entre les deux chronogrammes granulométriques et de la définition des seuils déclencheurs du passant à X1 µ

20

25

30

b4) le déclenchement d'une action correctrice sur la suspension en tête de décomposition lorsque la valeur mesurée du passant à X1 µ atteint un des seuils définis en b3).

Cette action correctrice est de préférence la modification de la teneur en matière sèche de la suspension dans le premier bac d'agglomération. S'il s'agit d'un seuil maxi, il y a trop de fines, on diminue la teneur en matière sèche en introduisant un plus forte aliquote de la liqueur d'aluminate sursaturé dans le premier agglomérateur. S'il s'agit d'un seuil mini, on

diminue l'alimentation du bac agglomérateur en liqueur d'aluminate sursaturé et on augmente l'alimentation des bacs nourrisseurs.

Comme pour l'étape préparatoire, les relations empiriques sont établies à partir de mesures granulométriques journalières effectuées sur l'hydrate en roulement. Comme pour l'étape préparatoire, le rythme journalier n'est pas forcément quotidien mais suffisamment fréquent pour pouvoir établir des chronogrammes exploitables. Les seuils déclencheurs sur la courbe " passant à X1 µ " sont également déduits du chronogramme granulométrique; ils tiennent compte de l'incertitude de la mesure du passant à X1, de l'intervalle maxi de variation souhaité pour X2 et de la stabilité de l'efficacité du système de classement de l'hydrate.

Pour des teneurs en matière sèche relativement faibles (≈350 g/l aluminate), la mesure du passant à X1 = 20µ suffit. Elle peut être réalisée à l'aide d'appareils qui utilisent la diffraction des rayons lasers et permettent de faire des déterminations en masse (Mastersizer de Malvern, Cilas, ...).

Mais pour augmenter la productivité, il faut viser des teneurs en matière sèche beaucoup plus élevées, comparables à celles du procédé de type européen, c'est-à-dire supérieures à 700 g/l aluminate. Or, plus la teneur en matière sèche est forte dans les bacs nourrisseurs, plus on a besoin d'avoir une valeur de X1 faible. En effet, lorsque la matière sèche est élevée les perturbations granulométriques nécessitent plus de temps pour être corrigées ; on doit donc disposer d'un le décalage temporel τ plus important ; et ce décalage est proportionnel à l'écart entre X1 et X2.

Il est dans ce cas préférable de mesurer un passant à 10µ, voire à une valeur encore plus faible (jusqu'à 1,5µ). Lorsque X1 devient aussi faible, le recours à une mesure celloscopique (COULTER ou ELZONE), qui permet de faire des

déterminations en nombre et non en masse, devient nécessaire. Ces mesures sont plus délicates mais les conséquences économiques sont négligeables

Pour augmenter la productivité, il est possible également d'augmenter la teneur en soude caustique de la liqueur d'aluminate. La demanderesse a constaté sur des installations industrielles que la présente démarche de contrôle granulométrique s'appliquait parfaitement avec des concentrations atteignant 160 g Na2O/I.

En ce qui concerne l'action correctrice, il est recommandé également d'établir au préalable une relation empirique quantifiant les effets de ladite action, par exemple pendant la phase préparatoire. Ainsi, pour quantifier les effets de la modification de la teneur en matière sèche dans le premier bac agglomérateur, on établira au préalable la relation existant entre ladite teneur en matière sèche et la proportion de fines détruites.

#### MODES DE REALISATION DE L'INVENTION - EXEMPLES

La réalisation de l'invention sera mieux comprise à partir de la description des exemples qui suivent.

Les figures 1 et 2 représentent la partie du circuit Bayer correspondant à la phase de décomposition, cette dernière étant de type américain, avec une étape d'agglomération préliminaire.

La figure 1 sert d'illustration au premier exemple, typique de l'art antérieur.

La figure 2 sert d'illustration aux exemples suivants, décrivant deux modalités de la présente invention.

Ces modalités sont décrites dans les exmples 2 et 3. Pour simplifier la présentation, nous avons illustré la phase de classement avec l'ensemble de dispositifs de classification classique de l'exemple 1. En fait, et notamment avec l'augmentation de la teneur en matière sèche, l'homme du métier peut choisir d'autres dispositifs, en complément ou en remplacement, tels que des cyclones ou des filtres.

#### **EXEMPLE 1** ( Art antérieur)

10

La liqueur d'aluminate sursaturée 1, arrivant dans le circuit de décomposition à une température voisine de 75°C, est introduite dans le premier bac d'agglomération A. Elle a une concentration en soude caustique de 130 g Na2O/I.

15

L'amorce tertiaire 9, essentiellement composée de particules fines et ultrafines est introduite dans le premier bac d'agglomération A et mélangée à la liqueur sursaturée. La suspension 2 qui en résulte suit une succession de bacs agglomérateurs de telle sorte qu'après un temps de séjour moyen d'environ 5 heures, la quasi-totalité des fines et ultrafines a disparu. Au cours de la phase d'agglomération la teneur en matière sèche de la suspension est passée de 20 g/l aluminate à environ 30 g/l aluminate.

En sortant de la série d'agglomération, la suspension 3 est introduite dans le premier bac nourisseur N avec l'amorce secondaire 8, dont l'apport augmente la teneur en matière sèche de 80 g/l aluminate. La nouvelle suspension 4 suit une succession de bacs nourrisseurs avec temps de séjour moyen d'environ 20 heures et un refroidissement d'environ 5°C. En sortie de nourrissement, la suspension 5, appelée "pump-off", contient environ 175 g/l aluminate de matière sèche. En mesurant le passant à 45 µ de cette

suspension  $\bf 5$  en sortie de nourrissement  $\bf M1$ , on estime la qualité granulométrique de l'hydrate de production, ce qui permet de définir de définir un intervalle de variation optimal pour ce passant à  $\bf 45~\mu$ . Dans les conditions de l'exemple, un passant à  $\bf 45~\mu$  de l'ordre de  $\bf 10\%$  permet de donner une alumine " métallurgique " de bonne qualité.

La suspension 5 en sortie de nourrissement est introduite dans un premier bac classificateur PT. La sous-verse 100 du premier classificateur PT fournit l'hydrate de production et la surverse 6, dont la teneur en matière sèche est de 100 g/l aluminate, est introduite dans un second bac classificateur ST. La sous-verse du deuxième bac classificateur ST sert d'amorce secondaire 8 qui est réintroduite en début de nourrissement N et la surverse 7, dont la teneur en matière sèche n'est plus que de 20 g/l, est dirigée vers un troisième bac classificateur TT. La surverse 10 du troisième bac classificateur est la liqueur d'aluminate appauvrie qui est réintroduite comme liqueur d'attaque de la bauxite au début du cycle Bayer, après concentration par évaporation et ajout de soude. La sous-verse 9 du troisième bac classificateur est réintroduite comme amorce tertiaire dans le premier bac d'agglomération A après filtration et lavage.

20

## EXEMPLE 2 : Décomposition selon l'invention avec une teneur moyenne en matière sèche dans l'hydrate en roulement

La liqueur d'aluminate sursaturée 1, arrivant dans le circuit de décomposition à une température voisine de 75°C, est séparée en deux aliquotes, la première 1a, représentant environ le tiers de la liqueur tôtale, est introduite dans le premier bac d'agglomération A, la seconde 1n est introduite dans le premier bac nourrisseur N. La liqueur d'aluminate sursaturée 1 a une concentration en soude caustique de 130 g Na2O/I.

L'amorce tertiaire **9a**, essentiellement composée de particules fines et ultrafines est introduite après filtration et lavage partiel ou total, dans le premier bac d'agglomération **A** et mélangée à la liqueur sursaturée. La suspension **2** qui en résulte suit une succession de bacs agglomérateurs de telle sorte qu'après un temps de séjour moyen de 5 heures, une proportion prédéfinie des fines et ultrafines a disparu. Au cours de la phase d'agglomération la quantité d'hydrate est augmentée de 10 g/l d'aluminate entrant dans l'atelier (1a et 1n).

En sortant de la série d'agglomération, la suspension 3 est introduite dans le premier bac nourrisseur N avec la deuxième aliquote 1n de liqueur d'aluminate sursaturée, le reste de l'amorce tertiaire, lavée ou non, 9n et l'amorce secondaire 8, dont l'apport augmente la teneur en matière sèche de 220 g/l aluminate. La nouvelle suspension 4 suit une succession de bacs nourrisseurs avec temps de séjour moyen de 20 heures et un refroidissement de 5 °C. En sortie de nourrissement, la suspension 5, contient environ 350 g/l aluminate de matière sèche.

La suspension  $\bf 5$  en sortie de nourrissement est introduite dans un premier bac classificateur  $\bf PT$ . La sous-verse  $\bf 100$  du premier classificateur  $\bf PT$  fournit l'hydrate de production et la surverse  $\bf 6$ , dont la teneur en matière sèche est de  $\bf 250$  g/l aluminate, est introduite dans un second bac classificateur  $\bf ST$ . La sous-verse du deuxième bac classificateur  $\bf ST$  sert d'amorce secondaire  $\bf 8$  qui est réintroduite en début de nourrissement  $\bf N$  et la surverse  $\bf 7$ , dont la teneur en matière sèche n'est plus que de  $\bf 30$  g/l, est dirigée vers le troisième bac classificateur  $\bf TT$ .

Tous les jours, on effectue au niveau de la suspension en fin de nourrissement une mesure M1 du passant à  $45\mu$  et une mesure M2 du passant à  $20\mu$  avec un appareil à diffraction laser.

L'observation de la qualité granulométrique de l'hydrate produit permet de définir l'intervalle de variation autorisé sur les valeurs du passant à  $45\mu$  et, grâce à la relation empirique établie au cours de la phase préparatoire et continuellement mise à jour depuis, entre le passant à  $20\mu$  et le passant à  $45\mu$ , on définit la valeur de consigne C visée sur le passant à  $20\mu$ .

En fonction de la différence entre M2 et la valeur de consigne C prédéfinie pour garantir la qualité granulométrique du produit ainsi que des différences M2 - C obtenues les jours précédents, on détermine la quantité de fines que l'on doit agglomérer en plus ou en moins au cours de la prochaine journée.

Au cours de la phase préparatoire, on a établi la relation existant entre la teneur en matière sèche dans la phase d'agglomération et la proportion de fincs détruites. Connaissant cette relation, on fixe l'aliquote 1a allant à l'agglomération. Cette aliquote 1a fixe la teneur en matière sèche dans les agglomérateurs donc le changement souhaité pour la destruction de fines.

Par ailleurs, à partir des mesures M1 et M2 effectuées les jours précédents, on ajuste la relation entre la valeur de consigne C et le niveau M1 souhaité pour le passant à  $45 \,\mu$  d'une part, la relation entre teneur en matière sèche et fines détruites à l'agglomération d'autre part.

# EXEMPLE 3 : Décomposition selon l'invention avec une teneur élevée en matière sèche dans l'hydrate en roulement

25

30

La liqueur d'aluminate sursaturée 1, arrivant dans le circuit de décomposition à une température voisine de 75°C, est séparée en deux aliquotes, la première 1a, représentant environ la moitié de la liqueur totale, est introduite dans le premier bac d'agglomération A, la seconde 1n est introduite dans le premier

bac nourrisseur **N**. La liqueur sursaturée **1a** une concentration en soude caustique de 130 g Na2O/I.

L'amorce tertiaire 9 filtrée, essentiellement composée de particules fines et ultrafines, est introduite, dans l'étape d'agglomération A et mélangée à la fraction 1 a de la liqueur sursaturée. La suspension 2 qui en résulte séjourne environ 5 heures dans la phase d'agglomération. La proportion entre la quantité d'amorce tertiaire et le débit de liqueur 1 a est réglé de telle sorte qu'une proportion prédéfinie des fines et ultrafines disparaisse. Au cours de la phase d'agglomération la quantité d'hydrate est augmentée de 15 g/l d'aluminate entrant dans l'atelier (1 a et 1 n).

En sortant de la série d'agglomération, la suspension 3 est introduite dans le premier bac nourrisseur N avec la deuxième aliquote 1n de liqueur d'aluminate sursaturée et l'amorce secondaire 8, dont l'apport augmente la teneur en matière sèche de 840 g/l aluminate. La nouvelle suspension 4 suit une succession de bacs nourrisseurs avec temps de séjour moyen de 18 heures et un refroidissement de 10 °C. En sortie de nourrissement, la suspension 5, contient environ 1000 g/l aluminate de matière sèche.

Tous les jours, on effectue à ce niveau au moins une mesure M1 du passant à  $45\mu$  avec un appareil à diffraction laser et une mesure M2 du passant à  $1,5~\mu$  avec un compteur ELZONE.

25

La suspension 5 en sortie de nourrissement est introduite dans un premier bac classificateur PT. La sous-verse 100 du premier classificateur PT fournit l'hydrate de production et la surverse 6, dont la teneur en matière sèche est de 870 g/l aluminate, est introduite dans un second bac classificateur ST. La sous-verse du

deuxième bac classificateur ST sert d'amorce secondaire 8 qui est réintroduite

en début de nourrissement N après filtration et la surverse T, dont la teneur en matière sèche n'est plus que de 30 g/l, est dirigée vers le troisième bac classificateur T.

Le procédé de suivi et de contrôle granulométrique de l'hydrate en roulement dans la suspension en fin de nourrissement est identique à celui présenté dans l'exemple 2.

10

15

#### AVANTAGES DU PROCEDE SELON L'INVENTION

- On évite les fluctuations granulométriques liées à l'augmentation d'inertie du système provenant de la montée des matières sèches.
- On peut ainsi augmenter la productivité des liqueurs
  - en faisant fonctionner la cristallisation à forte matières sèches sans mettre
     en péril la qualité de l'alumine produite
- en réglant la granulométrie du 'pump-off' au niveau maxi compatible avec les exigences de qualité et le système de classement de la production

#### **REVENDICATIONS**

1. Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER, incluant une phase préliminaire d'agglomération (A), une phase de nourrissement (N) et une phase de classification (PT; ST; Π), dans lequel la qualité granulométrique de l'hydrate produit est suivie par une mesure (M2) du passant à X2 μ de l'hydrate en roulement dans les bacs nourrisseurs, caractérisé en ce qu'il comporte:

5

10

15

20

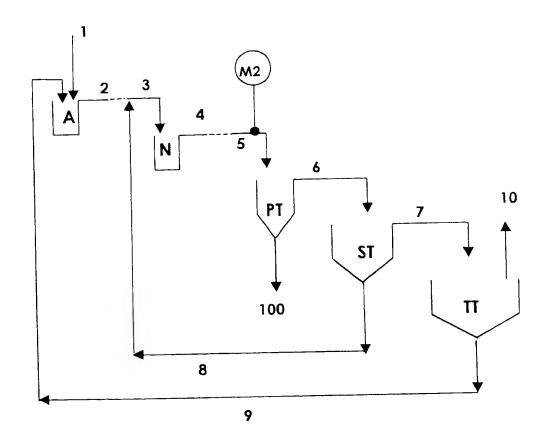
25

- a) une étape de préparation, réalisée une fois pour toutes, destinée d'une part à établir une relation R, en intensité et en temps, entre le passant à X1 μ et le passant à X2 μ dans l'hydrate en roulement, où X1 est strictement inférieur à X2 et d'autre part à définir, à partir de l'intervalle de variation maxi fixé sur le passant à X2 μ, des seuils déclencheurs sur la valeur du passant à X1 μ;
- b) la conduite du procédé proprement dite, effectuée pendant toute la durée de fonctionnement de l'installation, qui comporte, outre la mesure journalière (M2) du passant à X2μ et la mise à jour régulière de la corrélation entre ledit passant à X2μ et la répartition granulométrique de l'hydrate produit, une mesure journalière (M1) du passant à X1 μ de l'hydrate en roulement et la mise à jour régulière de la relation R entre ledit passant à X1 μ et ledit passant à X2 μ, ainsi que le déclenchement d'une action correctrice sur la suspension en tête de décomposition lorsque la valeur mesurée du passant à X1 μ atteint un des seuils déclencheurs qui ont été établis au cours de l'étape préliminaire et ont été mis à jour régulièrement.
- 2. Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite action correctrice comporte la modification de la teneur en matière sèche de la suspension en tête de décomposition.

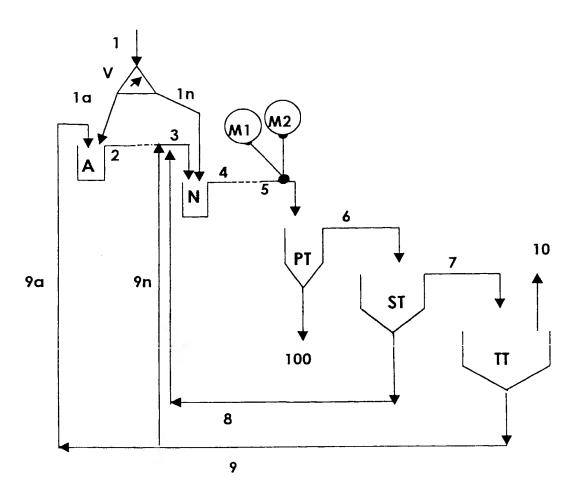
- 3. Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER selon la revendication 2, selon lequel la modification de la teneur en matière sèche de la suspension en tête de décomposition est réalisée en modifiant les proportions des aliquotes (1a) et (1b) de la liqueur d'aluminate sursaturée (1) alimentant respectivement le premier bac agglomérateur (A) et le premier bac nourrisseur (N).
- Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que X2 est supérieur à 40 μ et X1 est inférieur à 20 μ.
  - 5. Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les mesures de passant à X1µ et X2µ sont effectuées sur la suspension (5) on fin de nourrissement.
  - 6. Procédé de conduite de la décomposition d'un circuit BAYER selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la concentration de la liqueur d'aluminate sursaturée (1) est inférieure ou égale à 160 g Na2O/I.

15

20



<u>Fig. 1</u>



<u>Fig. 2</u>

